[0009]

[Means for Solving the Problem]

A primary recovery system which is a rotating evaporator in which this design contains a primary capacitor and a primary recovery container in order to solve an aforementioned problem, A secondary production device containing a secondary capacitor and a secondary production container, a diaphram vacuum pump which attracts a distilling—off organic solvent gas which was not liquefied by a primary capacitor, and is introduced into a secondary capacitor, And in an organic solvent recovery system which becomes primary and a secondary capacitor from a refrigerant supplying device which supplies a refrigerant, A secondary capacitor is constituted from a 1st spiral inner tube and a 2nd spiral inner tube, and an outer cylinder tube that accommodates these in an inside, And both ends of an outer cylinder tube were connected to a refrigerant supplying device via a refrigerant supply pipe, and the 1st spiral inner tube connected the one end to an outlet of a diaphram vacuum pump, the opening of the other end was carried out to a secondary production container, the 2nd spiral inner tube carried out the opening of the one end to a secondary production container, and the other end was wide opened to the atmosphere.

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 登録実用新案公報 (U)

(11)実用新案登録番号

# 第3046413号

(45)発行日 平成10年(1998) 3月10日

(24)登録日 平成9年(1997)12月10日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>		識別記号	<b>庁内整理番号</b>	FΙ			技術表示箇所
B 0 1 D	3/00		9344-4D	B01D	3/00	В	
	5/00		9344-4D		5/00	E	
	53/44			B01L	11/00		
	53/74			B 0 1 D	53/34	117F	
# B01L	11/00						
	the first the man to the first the second to						

評価書の請求 未請求 請求項の数3 FD (全 11 頁)

(21)出願番号

実願平9-7879

(22)出願日

平成9年(1997)8月21日

(73) 実用新案権者 597126675

サーマル化学産業株式会社

東京都練馬区平和台3丁目6番16号

(72)考案者 村岡 亘

埼玉県坂戸市中小坂786番地4号

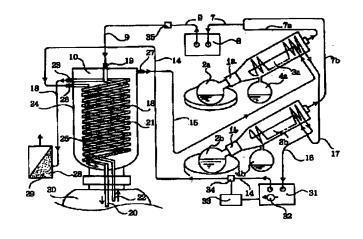
(74)代理人 弁理士 松下 義治

#### (54) 【考案の名称】 有機溶媒回収装置

#### (57)【要約】

【課題】一次コンデンサーで液化できなかった留去有機溶剤気体をダイヤフラム真空ポンプで吸引して二次コンデンサーに導入し液化して回収する有機溶媒回収装置において、二次コンデンサーの溶媒回収効率の大幅改善を行うこと。

【解決手段】二次コンデンサー10を第1螺旋内管18並びに第2螺旋内管21及びこれらを内部に収容する外筒管24とで構成し、そして外筒管24の両端を冷媒供給管14~17を介して冷媒供給装置31に接続し、第1螺旋内管18はその一端をダイヤフラム真空ポンプ8の排出口に接続し且つ他端を二次回収容器30に開口し、更に第2螺旋内管21はその一端を二次回収容器30に開口し目つ他端を脱臭及び吸着トラップ28を経由して大気へ開放した。



2

1

# 【実用新案登録請求の範囲】

【請求項1】一次コンデンサー及び一次回収容器を含む ロータリーエバポレーターである一次回収装置、外筒管 内に第1螺旋内管並びに第2螺旋内管とを収容した二次 コンデンサー及び二次回収容器を含む二次回収装置、前 記一次コンデンサーで液化しなかった留去有機溶媒気体 を吸引して前記二次コンデンサーに導入するダイヤフラ ム真空ポンプ、及び前記一次並びに二次コンデンサーに 冷媒を供給する冷媒供給装置とからなる有機溶媒回収装 置において、前記二次コンデンサーの外筒管に設けられ 10 た冷媒導入口と冷媒排出口は冷媒供給管を介して前記冷 媒供給装置に接続され、また前記第1螺旋内管はその一 端を前記ダイヤフラム真空ポンプの排出口に接続され且 つ他端は前記二次回収容器に開口され、更に前記第2螺 旋内管はその一端を前記二次回収容器に開口され且つ他 端を直接又は脱臭及び吸着トラップを経由して大気に開 放されていることを特徴とする有機溶媒回収装置。

【請求項2】前記第1螺旋状内管と第2螺旋状内管は同 心二重螺旋構造であることを特徴とする請求項1の有機 溶媒回収装置。

【請求項3】一次コンデンサー及び一次回収容器を含む ロータリーエバポレーターである一次回収装置、外筒管 内に螺旋内管を収容した第1の二次コンデンサー並びに 外筒管内に螺旋内管を収容した第2の二次コンデンサー 及び1個の共通の二次回収容器を含む二次回収装置、前 記一次コンデンサーで液化しなかった留去有機溶媒気体 を吸引して前記第1の二次コンデンサーに導入するダイ ヤフラム真空ポンプ、及び前記一次並びに二次コンデン サーに冷媒を供給する冷媒供給装置とからなる有機溶媒 回収装置において、前記第1並びに第2の二次コンデン サーの外筒管に設けられた冷媒導入口と冷媒排出口は冷 媒供給管を介して前記冷媒供給装置に接続され、また前 記第1の二次コンデンサーの螺旋内管はその一端を前記 ダイヤフラム真空ポンプの排出口に接続され且つ他端は 前記二次回収容器に開口され、更に前記第2の二次コン デンサーの螺旋内管はその一端を前記二次回収容器に開 口され且つ他端を直接又は脱臭及び吸着トラップを経由 して大気に開放されていることを特徴とする有機溶媒回 収装置。

#### 【図面の簡単な説明】

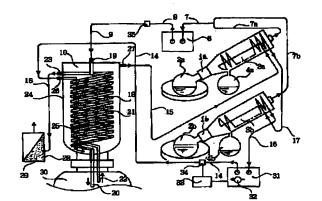
【図1】本考案の有機溶媒回収装置の構成を示す概要図である。

【図2】従来の有機溶媒回収装置の構成を示す概要図である。

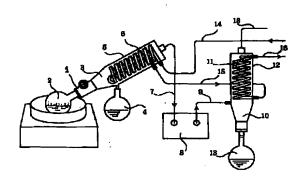
#### 【符号の説明】

- 1 ロータリーエバポレーター
- 1a ロータリーエバポレーター
- 1b ロータリーエバポレーター
- 2 試料容器
- 2 a 試料容器
- 2 b 試料容器
- 3 一次コンデンサー
- 3 a 一次コンデンサー
- 3 b 一次コンデンサー
- 4 一次回収容器
- 4 a 一次回収容器
- 4 b 一次回収容器
- 5 外筒管
- 6 螺旋内管
- 7 導管
- 8 ダイヤフラム真空ポンプ
- 9 導管
- 10 二次コンデンサー
- 20 11 螺旋内管
  - 12 外筒管
  - 13 二次回収容器
  - 14 冷媒供給管
  - 15 冷媒供給管
  - 16 冷媒供給管
  - 17 冷媒供給管
  - 18 第1螺旋内管
  - 19 留去有機溶媒気体導入口
  - 20 第1螺旋内管の下端
- 30 21 第2螺旋内管
  - 22 第2螺旋内管の下端
  - 23 留去有機溶媒気体排出口
  - 2 4 外筒管
  - 25 冷媒放出管
  - 26 冷媒導入口
  - 27 冷媒排出口
  - 28 脱臭及び吸着トラップ
  - 29 活性炭ユニット
  - 30 二次回収容器である下口付丸底フラスコ
- 40 31 冷媒供給装置
  - 32 送液ポンプ
  - 33 温度指示調節器
  - 34 温度センサー
  - 35 圧力安全弁

【図1】



【図2】



# 【考案の詳細な説明】

[0001]

# 【考案の属する技術分野】

本考案は研究所等で化学研究や実験の際に使われた有機溶媒や溶剤(以下、有機溶媒という。)を回収する装置に関する。

[0002]

# 【従来の技術】

大学、国公立研究所、民間企業の研究所等に属する化学研究施設において、二塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素等の塩素を含む低沸点溶媒、又はベンゼン、トルエン、ヘキサン、エーテルその他の低沸点溶媒を、反応用の溶媒として或いは抽出並びに精製溶媒として日々極めて大量に使っている。ところで、これらの溶媒系化学物質は二酸化炭素に比べて格段に高い温室効果ガスとして働くことから地球温暖化に拍車をかけるだけでなく、その中のいくつかは発ガン性物質やアトピー性アレルギー症の原因物質とされており人々の健康を阻害するものである。このように人体に危険であり、自然環境を破壊することにもなる有害物質であるので、これらの溶媒は実験等で使用後は回収しなければならないが、未だに完全に回収できる有機溶媒回収装置は実現していない。

#### [0003]

水道の蛇口に取り付けたアスピレータを使用して、ロータリーエバポレーターのコンデンサーで液化しなかった留去有機溶媒気体を吸引し、水道水と一緒に排出する有機溶媒回収装置は、全国的に広く普及している。この装置による有機溶媒の回収率は、溶媒によって異なるが概ね80%~97%であり、残りの未回収溶媒は地下や河川に放出されて環境を汚染している。特に沸点の低い二塩化メチレン、クロロホルム等はその全部または大半を回収できないで放出している。循環式アスピレータを使用して、ロータリーエバポレーターのコンデンサーで液化しなかった留去有機溶媒気体を吸引し、一部は排水系へ放出すると共に残りを大気中に溶媒ガスとして放出する有機溶媒回収装置も回収率は上記と同様であるが、残りの未回収溶媒は環境汚染源となっている。

#### [0004]

上記の2つの従来例は気化した有機溶媒を液化するのにコンデンサーを1個だけ用いたものであるが、図2に示す従来例は一次コンデンサー及び一次回収容器を含むロータリーエバポレーターである一次回収装置、二次コンデンサー及び二次回収容器を含む二次回収装置、前記一次コンデンサーで液化しなかった留去有機溶媒気体を吸引して前記二次コンデンサーに導入するダイヤフラム真空ポンプ、及び前記一次並びに二次コンデンサーに冷媒を供給する冷媒供給装置とからなる有機溶媒回収装置である。

# [0005]

図2において、ロータリーエバポレーター1は、丸形フラスコの試料容器2、一次コンデンサー3、一次回収容器4等から構成されている。一次コンデンサー3は外筒管5と螺旋内管6からなり、螺旋内管6には冷媒供給管14、15を介して冷媒が供給されている。ロータリーエバポレーター1で試料容器2内の溶媒は加熱され蒸発し、一次コンデンサー3の外筒管5内へ上昇し、冷媒の流れる螺旋内管6に接触し凝縮し液状化し、一次コンデンサー3の外筒管5の管壁を伝い一次回収容器4へ集められる。液化しきれなかった留去有機溶媒気体は、外筒管5の頂上側部から導管7で溶媒気体吸引用ダイヤフラム真空ポンプ8の吸引口へ導かれる。ダイヤフラム真空ポンプ8は市販の装置である。

# [0006]

ダイヤフラム真空ポンプ8で吸引された留去有機溶媒気体は常圧気体として、その排気口より二次コンデンサー10へ導管9により導入される。二次コンデンサー10内へ導入された有機溶媒気体は、冷媒の流れる螺旋内管11に接触し凝縮し液状化し外筒管12の管壁等を伝って二次回収容器13に集められる。留去有機溶媒気体は外筒管12の頂上部から導管18により図示されていないドラフトチャンバーへ導かれる。チャンバー内の残存ガスは大気へ放散されるか、又はマイナス数十度の低温冷却トッラップ装置に導かれる。図示していない冷媒供給装置で冷却された冷媒は、冷却器出口より冷媒供給管14により一次コンデンサー3の螺旋内管6の一端へ導かれ、更に螺旋内管6他端に接続された冷媒供給管15により二次コンデンサー10の螺旋内管11の一端へ導かれる。螺旋内管1

媒は再冷却され、冷媒供給管14により再び一次コンデンサー3へ送られ、上記 と同様の経路をたどって循環する。

# [0007]

図2に示した従来装置は溶媒吸引用にダイヤフラム真空ポンプを使用しているため、水道蛇口に取り付けたアスピレータの場合のように溶媒を吸引するために使用する作動流体即ち水道水と共に、液化しきれなかった留去有機溶媒が下水に排出される恐れはない。しかし、一次及び二次コンデンサーを使用して冷却し溶媒を液化させても、既に述べたように回収率は概ね80%~97%であり未捕捉溶媒がドラフトチャンバーより気体として大気中に放散され、研究室内の空気は常時臭い状態になる。更に溶媒の気体は研究室内から外気へと拡散し、大気汚染の原因の一つになる。全国には多数の研究施設がありこのような性能の良くない有機溶媒回収装置に甘んじている状態は放出ガス量が微量であっても総量としては莫大な量となり、大気汚染防止問題を解決するものではない。

# [0008]

# 【考案が解決しようとする課題】

低沸点有機溶媒を常圧で実質100%回収する有機溶媒回収装置を提供することが本考案の一般的な課題である。そして、ロータリーエバポレーターの一次コンデンサーで液化しなかった留去有機溶媒気体を、ダイヤフラム真空ポンプで吸引して常圧系二次コンデンサーに導入し、この二次コンデンサーを含む二次回収装置で実質的に100%回収することが具体的な課題である。

### [0009]

#### 【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために、本考案は一次コンデンサー及び一次回収容器を含むロータリーエバポレーターである一次回収装置、二次コンデンサー及び二次回収容器を含む二次回収装置、一次コンデンサーで液化しなかった留去有機溶媒気体を吸引して二次コンデンサーに導入するダイヤフラム真空ポンプ、及び一次並びに二次コンデンサーに冷媒を供給する冷媒供給装置とからなる有機溶媒回収装置において、二次コンデンサーを第1螺旋内管並びに第2螺旋内管とこれらを内部に収容する外筒管とで構成し、そして外筒管の両端を冷媒供給管を介して冷媒

Sec. 19.

供給装置に接続し、第1螺旋内管はその一端をダイヤフラム真空ポンプの排出口に接続し且つ他端は二次回収容器に開口し、更に第2螺旋内管はその一端を二次回収容器に開口し且つ他端を大気に開放した。

# [0010]

要するに、一次コンデンサーでは螺旋内管を冷媒が且つ外筒管と螺旋内管との間を有機溶媒気体がそれぞれ通過するのに対して、二次コンデンサーでは螺旋内管を有機溶媒気体が且つ外筒管と螺旋内管との間を冷媒がそれぞれ通過するように構成したことが本考案の構成上の第1の特徴である。従って、二次コンデンサーにおいては一次コンデンサーに比較して有機溶媒気体と冷媒との接触チャンスが大幅に拡大し且つ接触時間も非常に長くなったから、有機溶媒気体の液化効率は格段に高まった。

## [0011]

更に、二次コンデンサーの螺旋内管を2個用いることによって、二次回収装置内で二段構えの液化回収を行うようにしたことが本考案の構成上の第2の特徴である。従って、第1螺旋内管で液化して二次回収容器に流れ落ちた残りの有機溶媒気体は、第2螺旋内管で第1螺旋内管と同様に冷媒との大幅に拡大した接触チャンスと非常に長い接触時間の作用によって殆ど完全に液化され、二次回収容器に流れ落ちる。それでも液化しなかった極めて僅かの気体は、活性炭を含む脱臭及び吸着トラップを経て大気へ放出されるが、これは自然環境汚染や人体への悪影響という点で全く問題にならない程度である。

### [0012]

## 【考案の実施態様】

図1は2台の一次回収装置と1台の二次回収装置、及び1台のダイヤフラム真空ポンプ8を含む本発明の一実施例を示す装置全体構成図である。図1において第1の一次回収装置は試料容器2a、一次コンデンサー3a及び一次回収容器4aを含む第1のロータリーエバポレーターであり、更に第2の一次回収装置は試料容器2b、一次コンデンサー3b及び一次回収容器4bを含む第2のロータリーエバポレーターである。一次回収装置が2台の場合を例示したが、1台の場合は勿論のこと、数台の場合でも本考案に係る有機溶媒回収装置を実現することは

できる。

## [0013]

二次回収装置は、外筒管24の中に第1螺旋内管18並びに第2螺旋内管21とを収容した二次コンデンサー10、及び二次回収容器30を含む。第1の一次回収装置の一次コンデンサー3aで液化しなかった留去有機溶媒気体は導管7aを経て溶媒気体吸引用ダイヤフラム真空ポンプ8の吸引口に導かれ、他方、第2の一次回収装置の一次コンデンサー3bで液化しなかった留去有機溶媒気体は導管7bを経て溶媒気体吸引用ダイヤフラム真空ポンプ8の吸引口に導かれ、更にダイヤフラム真空ポンプ8の排出口から導管9を経て留去有機溶媒気体導入口19から二次回収装置の二次コンデンサー10に常圧気体として導入される。なお、35は導管9の途中に設置された安全弁である。

## [0014]

第1螺旋内管18は螺旋状パイプになっており、その一端は二次コンデンサー10の留去有機溶媒気体導入口19に接続され、且つその他端20は二次回収容器である下口付丸底フラスコ30に開口している。第2螺旋内管21も螺旋状パイプになっており、その一端22は二次回収容器である下口付丸底フラスコ30に開口しており、且つその他端は二次コンデンサー10の留去有機溶媒気体排出口23に接続されている。留去有機溶媒気体排出口23は排出管18によって、活性炭ユニット29を含む脱臭トラップ28に接続されている。第1螺旋内管18と第2螺旋内管21は、同心二重螺旋構造にして二次コンデンサー10の外筒管24の中に挿入配置されている。同心二重螺旋構造にすることによって装置のコンパクト化と共に、冷却効率の向上が図れる。

## [0015]

二次コンデンサー10には、その外筒管24の上部側面に冷媒導入口26と冷媒排出口27が設けられている。外筒管24の中には、第1螺旋内管18と第2螺旋内管21の他に、冷媒放出管25も配置されている。冷媒放出管25は、その一端を冷媒導入口26の接続され、且つその他端は外筒管24の底部まで延伸している。冷媒は、冷媒供給装置31の送液ポンプ32により加圧され冷媒供給管14を経て、更に冷媒導入口26から冷媒放出管25を経て二次コンデンサー

10の底部に放出される。放出された冷媒は、二次コンデンサー10の外筒管24と第1螺旋内管18と第2螺旋内管21の間を満たし、冷媒排出口27から排出される。冷媒排出口27から排出された冷媒は、冷媒供給管15を経て第1の一次コンデンサー3aの螺旋内管を通過し、更に2台のエバポレータ使用時には冷媒供給管17を経て第2の一次コンデンサー3bの螺旋内管を通過し、そして冷媒供給管16を経て冷媒供給装置31に戻る。

## [0016]

本考案における二次コンデンサー10は、外筒管とこの外筒管の中に収容された螺旋内管とで構成されている点では、従来の二次コンデンサーの構造と類似している。しかし、従来の二次コンデンサーでは螺旋内管に冷媒を流し、螺旋内管と外筒管の間を留去有機溶媒気体が通過するものであるのに対して、本考案における二次コンデンサーでは逆に螺旋内管を留去有機溶媒気体が通過するようにし、螺旋内管と外筒管の間を冷媒が流れるようにしたものである。そして図1の本考案の一実施例では、結露水滴を受け集める樋を外筒管下部に取り付けるため冷媒を外筒管24の上端側面に設けられた冷媒導入口26から冷媒放出管25を経て外筒管24の底部まで導くような構成を示した。しかしながら、上記結露水滴を受け集める樋の付け方によっては、冷媒放出管25を用いなくても冷媒を外筒管24の底部まで導くように二次コンデンサーを構成することができる。例えば外筒管24の下部側面に冷媒導入口26を且つ外筒管24の上部側面に冷媒排出口27をそれぞれ設けることによって実現できる。

#### [0017]

また、図1の本考案の一実施例では二次コンデンサー10を1個の外筒管の中に2個の螺旋内管を収容して構成しているが、1個の外筒管の中に1個の螺旋内管を収容したコンデンサーを2台、即ち第1の二次コンデンサーと第2の二次コンデンサーを用いて構成することもできる。この場合、第1並びに第2の二次コンデンサーの外筒管にそれぞれ設けられた冷媒導入口と冷媒排出口は冷媒供給管を介して冷媒供給装置に接続され、また第1の二次コンデンサーの螺旋内管はその一端をダイヤフラム真空ポンプの排出口に接続され且つ他端は二次回収容器に開口され、更に前記第2の二次コンデンサーの螺旋内管はその一端を二次回収容

器に開口され且つ他端を大気に開放される。

# [0018]

以上説明した如き構成の本考案有機溶媒回収装置において、第1の一次回収装 置の一次コンデンサー3aで液化しなかった留去有機溶媒気体及び/又は第2の 一次回収装置の一次コンデンサー3 b で液化しなかった留去有機溶媒気体は、溶 媒気体吸引用ダイヤフラム真空ポンプ8によって二次回収装置の二次コンデンサ ー10に導入される。この留去有機溶媒気体は、冷媒で所定の温度に冷やされて いる第1螺旋内管18を、留去有機溶媒気体導入口19に接続された上端から開 放端である下端20に移動する間に液化される。第1螺旋内管18で液化された 有機溶媒は、二次回収容器である下口付丸底フラスコ30に滴下する。僅かでは あるが、第1螺旋内管18で液化されなかった留去有機溶媒気体は、冷媒で所定 の温度に冷やされている第2螺旋内管21を、下口付丸底フラスコ30に開口し ている下端22から留去有機溶媒気体排出口23に接続されている上端へと移動 する間に液化される。第2螺旋内管21で液化された有機溶媒は、その開放端で ある下端22から二次回収容器である下口付丸底フラスコ30に滴下する。この ように、二次回収容器30には、第1螺旋内管18と第2螺旋内管21の両方か ら液化された有機溶媒が滴下し、これによって一次回収装置で回収されなかった 留去有機溶媒気体は殆ど100%回収される。

#### [0019]

第2螺旋内管21で液化されなかった極微量の有機溶媒の残存ガスは、排出口23からは排出管18を経て脱臭及び吸着トラップ28へ導入され、活性炭ユニット29を通過し脱臭及び吸着された後、大気に放散される。従って、実験室或いは研究室内に臭気が充満することがなくなった。

# [0020]

ところで、冷媒供給管 1 4 には温度指示調節器 3 3 の温度センサー 3 4 が挿入されており、冷媒温度を表示している。冷媒供給装置 3 1 が電動式自動冷媒供給装置の場合は、調節器 3 3 により冷媒の温度制御を行うことができる。冷媒供給装置 3 1 は、手動で氷を供給する方式の冷媒供給装置でも良いが、この場合は冷媒温度調節はなく表示のみとなる。

# [0021]

# 【考案の効果】

本考案は一次コンデンサー及び一次回収容器を含むロータリーエバポレーターである一次回収装置で回収できなかった有機溶媒気体、即ち一次コンデンサーで液化しなかった留去有機溶媒気体をダイヤフラム真空ポンプで吸引して二次回収装置に導入し、この二次回収装置で前記留去有機溶媒気体を液化して回収するダイヤフラム真空ポンプ吸引式有機溶媒回収装置である。これを図2に示す従来のダイヤフラム真空ポンプ吸引式有機溶媒回収装置と比較した場合、本考案の二次コンデンサーでは螺旋内管を有機溶媒気体が且つ外筒管と螺旋内管との間を冷媒がそれぞれ通過するように構成したものであるから、有機溶媒気体と冷媒との接触チャンスが大幅に拡大し且つ接触時間も非常に長くなり、有機溶媒気体の液化効率は格段に高まった。更に、本考案においては二次コンデンサーの螺旋内管を2個用いて、二次回収装置内で二段構えの液化回収を行うようにしたものである。従って、このような二段構えの液化回収構造でない図3に示す従来装置とは比較にならない程に液化効率が改善され、従って溶媒回収効率が向上した。

# [0022]

また、有機溶媒気体と冷却管表面との接触チャンスを大幅に拡大し、且つ接触時間を非常に長くすることを実現した本考案における二次コンデンサーは、第1螺旋状内管と第2螺旋状内管を同心二重螺旋構造にして1個の外筒管の中に収納したものであるから、従来のコンデンサーと大きさは殆ど同じであるし、構造もさほど複雑でない。従って、コンパクトで低価格のダイヤフラム真空ポンプ吸引式有機溶媒回収装置を提供することができた。更に、本考案においては、二次回収装置を2台の一次回収装置即ちエバポレーターに共用することができるから、例えば実験室内で装置スペースを節約することができる。一次回収装置は1台の場合でも使用することは出来るのは言うまでもない事である。